

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-112857

(43)Date of publication of application : 07.05.1993

(51)Int.Cl.

C22F 1/18

B24C 1/10

(21)Application number : 03-146070

(71)Applicant : NIPPON STEEL CORP

(22)Date of filing : 18.06.1991

(72)Inventor : FUJII HIDEKI

YAMAZAKI TATSUO

HORITANI TAKAO

**(54) METHOD FOR IMPROVING FATIGUE PROPERTY OF ALPHA + BETA TITANIUM ALLOY
SUBJECTED TO BETA RANGE HEATING****(57)Abstract:**

PURPOSE: To provide the methods for improving the fatigue properties of an $\alpha + \beta$ type titanium alloy subjected to β range heating without deteriorating its ductivity.

CONSTITUTION: An $\alpha + \beta$ type titanium alloy subjected to β range heating is subjected to shot peening and is subjected to heat treatment of holding it under heating to the temp. range of 700° C to the β transformation point-20° C for 5min to 8hr. Or, the above heat treatment is executed at the β transformation point-150° C to the β transformation point-20°C, is cooled at a cooling rate above that of air cooling and is furthermore subjected to stabilizing annealing of holding it under heating to 450 to 820°C for 30min to 24hr. Or, after the above heat treatment or stabilizing, shot peening is moreover executed.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The fatigue property improvement approach of an alpha plus beta titanium alloy which performs shot peening to the alpha plus beta titanium alloy which carried out beta region heating processing, and is characterized by subsequently to the temperature of -20 degrees C or less of beta transformation points carrying out heating maintenance 5 minutes or more above 700 degrees C for 8 or less hours of having performed beta region heating processing.

[Claim 2] The fatigue property improvement approach of an alpha plus beta titanium alloy characterized by performing shot peening to the alpha plus beta titanium alloy which carried out beta region heating processing, carrying out heating maintenance 5 minutes or more for 8 or less hours at -150 degrees C or more of beta transformation points subsequently to the temperature region of -20 degrees C or less of beta transformation points, cooling with the cooling rate more than air cooling, and carrying out heating maintenance 30 minutes or more at 450 more degrees C - 820 degrees C for 24 or less hours of having performed beta region heating processing.

[Claim 3] The fatigue property improvement approach of an alpha plus beta titanium alloy characterized by performing shot peening further after carrying out said claim (1) or the process of (2) of having performed beta region heating processing.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]**[0001]**

[Industrial Application] This invention relates to the fatigue property improving method of an alpha plus beta titanium alloy for having performed beta region thermomechanical treatment in more detail about the manufacture approach of an alpha plus beta titanium alloy.

[0002]

[Description of the Prior Art] An alpha plus beta titanium alloy is a general-purpose ingredient with the history of old development, is characterized by the light weight, high intensity, high corrosion resistance, etc., and has been used abundantly at the aircraft material etc. The general manufacture approach of this alpha plus beta titanium alloy performs strong processing in the alpha+beta region below beta transformation point, and performs annealing further in an alpha+beta region. The alpha plus beta titanium alloy manufactured by such approach has the detailed homaxial organization, and is excellent in reinforcement, ductility, and especially a fatigue property. However, in the alpha+beta region, since deformation resistance is high and heat slowing nature also has it, the constraint on a facility, the increment in the count of heating, or the fall of the yield is produced, and the manufacturing cost has been raised remarkably. [low]

[0003] On the other hand, in beta region more than beta transformation point, deformation resistance is low, and since heat slowing nature is high, processing becomes remarkably easy. However, since the product manufactured by such approach had the acicular structure inferior to a fatigue property, it was seldom used for the aircraft. However, such a material that carried out beta region heating processing will also become possible [it being cheap and offering the material of a light weight and high intensity], if a fatigue property is improved since it has comparatively high reinforcement and a ductility value although it is inferior to a homaxial organization.

[0004] As an approach of raising a fatigue property, shot peening given in JP,50-105515,A can be mentioned, for example. This is the approach which aimed at controlling fatigue crack generating in the surface section with high fatigue crack occurrence frequency by stiffening a surface with shot peening or making compressive stress remain. However, since ductility would fall extremely further if shot peening is performed, the acicular structure which is seen by beta region heating work timber had the trouble of receiving a very serious limit on use.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention aims at offering the approach for raising a fatigue property, without reducing ductility by performing thermomechanical treatment to the alpha plus beta titanium alloy which performed beta region heating processing, in order to cancel the above-mentioned trouble.

[0006]

[Means for Solving the Problem] As a result of repeating research wholeheartedly, after this invention persons performed shot peening, when suitable heat treatment was performed, they found out that an axial organization, such as having excelled in a fatigue property or ductility, generated in the surface section. That is, this invention performs shot peening to the alpha plus beta titanium alloy which performed (1) beta region heating processing, and is characterized by subsequently to the temperature of -20 degrees C or less of beta transformation points carrying out heating maintenance 5 minutes or

more above 700 degrees C for 8 or less hours.

(2) Shot peening is performed to the alpha plus beta titanium alloy which carried out beta region heating processing, and, subsequently to the temperature region of -20 degrees C or less of beta transformation points, heating maintenance is carried out 5 minutes or more for 8 or less hours at -150 degrees C or more of beta transformation points, and it cools with the cooling rate more than air cooling, heating maintenance is carried out 30 minutes or more at 450 more degrees C - 820 degrees C for 24 or less hours, and it is characterized by carrying out stabilizing annealing.

(3) It is characterized by performing shot peening further after carrying out said this invention (1) or the process of (2).

In addition, beta region heating processing is a process heated and processed to the temperature region more than beta transformation point, and it is not necessary to be necessarily the temperature more than beta transformation point, processing initiation temperature or processing termination temperature is in the middle of processing before processing, and also when becoming below beta transformation point by the temperature fall of a material, it is included. Moreover, in equilibrium, beta transformation point is parent phase single phase above the temperature, is temperature which serves as an alpha+beta two phase under at the temperature, and, generally is 850-1050 degrees C in an alpha plus beta titanium alloy. Moreover, an alpha plus beta titanium alloy is a titanium alloy of a class with which all or a part of parent phase metamorphoses into alpha phase or martensite more than from beta transformation point at the time of *****, and both alpha phase and parent phase exist in the equilibrium state in a room temperature, for example, is Ti-6aluminum-4V etc.

[0007]

[Function] This invention is explained to a detail below. In this invention (1), shot peening is first performed to the alpha plus beta titanium alloy which performed beta region heating processing. This is for adding a plastic strain to a surface part and introducing the rearrangement of high density. the oxygen which exists in the surface section here -- concentration -- a layer and a scale are wanted to remove by shot blasting, acid washing, grinding, etc. in advance of shot peening, since the plastic strain by shot peening bars reaching even to a base material.

[0008] Next, heating maintenance of this material is carried out 5 minutes or more above 700 degrees C for 8 or less hours at the temperature of -20 degrees C or less of beta transformation points. This is a process which changes a needlelike alpha phase organization into an axial organization, such as having excelled in the fatigue property, by making the surface part into which the high density rearrangement was introduced by shot peening recover and recrystallize by heat treatment. Here, since the temperature of under this temperature of recovery and recrystallization is inadequate, having made heating retention temperature into 700 degrees C or more is based on the reason which an axial organization, such as having excelled in the fatigue property, does not generate. Moreover, at the temperature exceeding this, the rate of a parent phase becomes extremely large, and since the number and amount of a shaft alpha phase, such as having excelled in the fatigue property, become less, a fatigue property depends on the reason [having made heating retention temperature into -20 degrees C or less of beta transformation points] which is not fully improvable. Moreover, since the holding time for less than 5 minutes of recovery and recrystallization was inadequate, having made the holding time into 5 minutes or more made the holding time 8 or less hours for big-and-rough-izing of alpha phase being intense, and a fatigue property falling in the time amount exceeding this. Moreover, in the time amount exceeding 8 hours, when this heat treatment is performed in atmospheric air, in order that oxidation may reach even more than the depth of the surface section made homaxial, the effectiveness of this invention is lost.

[0009] This invention (2) is an approach for aiming at improvement in a fatigue property further by combining the effectiveness of said this invention (1), and strengthening heat treatment. In this invention (2), shot peening is first performed to the alpha plus beta titanium alloy which carried out beta region heating processing, subsequently to the temperature region of -20 degrees C or less of beta transformation points, heating maintenance is carried out 5 minutes or more for 8 or less hours at -150 degrees C or more of beta transformation points, and it cools with the cooling rate more than air cooling. If it heat-treats by suitable temperature and time amount after performing shot peening as this invention (1) explained, an axial organization, such as having excelled in the fatigue property, will generate. If the rate of the parent phase which exists between homaxial alpha phases if this heat

treatment process is performed by carrying out heating maintenance 5 minutes or more especially in the temperature region of -20 degrees C or less of beta transformation points for 8 or less hours at -150 degrees C or more of beta transformation points becomes high and cools with the cooling rate more than air cooling further, this parent phase will metamorphose into the detailed acicular structures, such as martensite. It is the purpose of this process to make the surface section generate the mixed organization of such a homaxial alpha phase and a detailed needlelike alpha phase. Here, at the temperature below this, having made heating retention temperature into -150 degrees C or more of beta transformation points has few amounts of a parent phase, and it is based on the reason which sufficient quantity of the detailed acicular structure does not generate. Moreover, at the temperature exceeding this, the rate of a parent phase becomes extremely large, and since the number and amount of a shaft alpha phase, such as having excelled in the fatigue property, become less, a fatigue property depends on the reason [having made heating retention temperature into -20 degrees C or less of beta transformation points] which is not fully improvable. Moreover, since the holding time for less than 5 minutes of recovery and recrystallization was inadequate, having made the holding time into 5 minutes or more made the holding time 8 or less hours for big-and-rough-izing of alpha phase being intense, and a fatigue property falling in the time amount exceeding this. Moreover, it is because the detailed acicular structure does not generate in a cooling rate with later than air cooling our having decided to cool with the cooling rate more than air cooling.

[0010] Subsequently, stabilizing annealing is performed by carrying out heating maintenance 30 minutes or more at 450 degrees C - 820 degrees C for 24 or less hours. By this stabilizing annealing, the detailed acicular structure is returned, and turns into a mixed organization of the shape of a stable homaxial + detailed needle, and reinforcement rises. Here, having made heating retention temperature into 450 degrees C or more is based on the reason which an organization inadequate [diffusion of an element] and stable cannot generate easily at the temperature below this. Moreover, at the temperature exceeding this, the great portion of detailed acicular structure generated during cooling does the reverse transformation of having considered as 820 degrees C or less to a parent phase again, and it is based on the reason the purpose of strengthening is not attained. Moreover, having made the heating holding time into 30 minutes or more is based on the reason the organization that the time amount of element diffusion is inadequate and stable and quality-of-the-material property below this are not acquired. Moreover, the detailed organization where it is stable having made the heating holding time into 24 or less hours at less than 24-hour time amount has already been obtained, and it is because time amount and energy are useless to perform time amount heat treatment exceeding this.

[0011] In this invention (3), after performing said this invention (1) or (2), shot peening is performed again. This aims at raising the fatigue property of the material which became an axial organization -- only the surface section was excellent in the fatigue property -- or a homaxial + detailed needlelike mixing organization by performing shot peening further by performing this invention (1) or (2). Although it is not desirable in order to make the ductility value of the acicular structure fall extremely, when direct shot peening is performed to beta region heating work timber, since the surface section serves as an axial organization, such as being rich in ductility, or a homaxial + detailed needlelike mixing organization here by the sample which carried out this invention (1) and (2), there are few amounts of ductility falls by shot peening, and sufficient ductility is secured.

[0012]

[Example] The case where this invention is applied to Ti-6aluminum-4V (beta transformation point: 1000 degrees C) is explained to an example in more detail about this invention. Heating forging of the Ti-6aluminum-4V ingot ingoted by the vacuum arc dissolution was carried out at 1100 degrees C of beta region, and the 12mm plate was manufactured by carrying out 1100 more degree-C heating rolling. The rolling termination temperature of rolling initiation temperature was 830 degrees C at 1000 degrees C. Each of these is the temperature on the front face of a sample. The round bar test piece which has the parallel part of 35mm die length and the diameter of 8.05mm from this plate was cut down, and processing shown in Table 1 - 4 was performed. In order that the test piece which finished each processing might remove the irregularity produced with shot peening, it carried out polish removal of about 0.025mm of the surfaces, performed the rotation bending fatigue test on 60Hz conditions with the room temperature, and asked for the fatigue limit. Moreover, some samples performed the tension test and searched for tensile strength and elongation. The result is shown in Table 5 - 8. In addition, all heat

treatments were performed in Ar ambient atmosphere, and shot peening performed the glass bead of the diameter of 100 micrometer by about 200% of covering ledge by about 30 m/s, after performing the glass bead of the diameter of 1mm by about 200% of covering ledge by about 40 m/s.

[0013]

[Table 1]

試験番号	試料の概要
1	β 域加熱加工まま
2	ショットピーニングまま

試験番号 1, 2 はいずれも従来法

[0014]

[Table 2]

試験番号	ショットピーニング後の熱処理条件	冷却条件	備 考
3	750℃, 1時間	AC	本発明(1)の実施例
4	750℃, 1時間	FC	本発明(1)の実施例
5	800℃, 1時間	AC	本発明(1)の実施例
6	990℃, 10分	AC	比較例
7	970℃, 10分	AC	本発明(1)の実施例
8	970℃, 3分	AC	比較例
9	680℃, 7時間	AC	比較例
10	720℃, 7時間	AC	本発明(1)の実施例
11	720℃, 9時間	AC	比較例

AC : 空冷 FC : 炉冷

[0015]

[Table 3]

試験番号	ショットピーニング後の熱処理条件	冷却条件	安定化焼鈍条件	備 考
12	950℃, 1時間	AC	540℃, 4時間	本発明(2)の実施例
13	950℃, 1時間	FAC	540℃, 4時間	本発明(2)の実施例
14	870℃, 7時間	AC	540℃, 4時間	本発明(2)の実施例
15	870℃, 9時間	AC	540℃, 4時間	比較例
16	830℃, 7時間	AC	540℃, 4時間	比較例
17	990℃, 1時間	AC	540℃, 4時間	比較例
18	950℃, 3分	AC	540℃, 4時間	比較例
19	950℃, 1時間	FC	540℃, 4時間	比較例
20	950℃, 1時間	AC	470℃, 22時間	本発明(2)の実施例
21	950℃, 1時間	AC	470℃, 26時間	比較例
22	950℃, 1時間	AC	430℃, 22時間	比較例
23	950℃, 1時間	AC	800℃, 1時間	本発明(2)の実施例
24	950℃, 1時間	AC	860℃, 1時間	比較例
25	950℃, 1時間	AC	800℃, 20分	比較例

AC : 空冷 FAC : 強制空冷 FC : 炉冷

冷却速度は、FAC, AC, FCの順に速い

[0016]

[Table 4]

試験番号	試料の概要
26	試験番号3 + ショットピーニング
27	試験番号12 + ショットピーニング

試験番号26, 27は本発明(3)の実施例

[0017]

[Table 5]

試験番号	疲労限 (MPa)	引張強度 (MPa)	伸び (%)
1	420	935	8.5
2	461	966	4.2

[0018]

[Table 6]

試験番号	疲労限 (M P a)	引 張 強 度 (M P a)	伸 び (%)
3	4 5 5	9 6 3	7. 1
4	4 4 4	9 3 8	8. 1
5	4 5 3	9 4 3	8. 2
6	3 9 4	—	—
7	4 4 3	—	—
8	4 2 2	—	—
9	4 2 5	—	—
1 0	4 4 9	—	—
1 1	4 2 6	—	—

[0019]

[Table 7]

試験番号	疲労限 (M P a)	引 張 強 度 (M P a)	伸 び (%)
1 2	4 7 5	9 9 7	6. 5
1 3	4 8 0	1 0 0 3	6. 0
1 4	4 6 7	—	—
1 5	4 5 4	—	—
1 6	4 5 3	—	—
1 7	3 9 9	—	—
1 8	4 5 7	—	—
1 9	4 3 3	—	—
2 0	4 6 4	—	—
2 1	4 6 4	—	—
2 2	4 5 4	—	—
2 3	4 6 3	—	—
2 4	4 2 1	—	—
2 5	4 4 9	—	—

[0020]

[Table 8]

試験番号	疲労限 (M P a)	引張強度 (M P a)	伸 び (%)
2 6	4 8 7	9 7 3	5 . 7
2 7	4 9 9	1 0 1 1	5 . 3

[0021] it is shown in Table 1 and 5 -- as -- as [beta region heating processing] -- material (test number 1) -- a fatigue limit -- 420MPa(s) it is . if shot peening is performed to beta region heating work timber (test number 2) -- a fatigue limit -- 461MPa(s) up to -- although it goes up, elongation decreases sharply to 4.2% and 5% or less.

[0022] In Table 2, test numbers 3-5, and 7 and 10 are the examples of this invention (1). Fatigue limits are all 440MPa(s) by applying this invention (1), as shown in Table 6. It is above and there was no remarkable ductility fall which elongation is 7% or more and all becomes 5% or less like a test number 2 in test numbers 3-5. It is because it changed to an axial organization, such as the surface section into which the high density rearrangement was introduced by shot peening having recovered and recrystallized this by heat-treating, and having excelled in a fatigue property and ductility. For all, fatigue limits are 430MPa(s) as the test numbers 6, 8, 9, and 11 which are the examples of a comparison of this invention (1) show to Table 6 on the other hand. It was less and was a value equivalent in being a value lower than as [beta region heating processing] (test number 1). This reason is as follows. In a test number 6, since [whose heat treatment temperature after shot peening is the upper limit of this invention (1) at 990 degrees C] it was higher than 980 degrees C, the number and amount of a shaft alpha phase, such as having excelled in the fatigue property, decreased, and a fatigue property has not fully been improved. In a test number 8, since the heat treatment time amount after shot peening was less than 5 minutes which is the lower limit of this invention (1), recovery and recrystallization are inadequate and the effectiveness of this invention was not fully attained. In a test number 9, since the heat treatment temperature after shot peening was less than 700 degrees C which is the lower limit of this invention (1), recovery and recrystallization are inadequate and the effectiveness of this invention was not fully attained. Moreover, since the heat treatment time amount after shot peening exceeded 8 hours which is the upper limit of this invention (1), the test number 11 of the improvement of a fatigue property was not violently enough as big-and-rough-izing of alpha phase.

[0023] In Table 3, test numbers 12-14, and 20 and 23 are the examples of this invention (2). For all, fatigue limits are 460MPa(s) as shown in Table 7. It has exceeded and the fatigue limit is going up further rather than the case where this invention (1) is applied. Moreover, in test numbers 12 and 13, elongation is 6% or more, and there was also no remarkable ductility fall. This is because the mixed organization of the shape of a stable homaxial + detailed needle which the parent phase generated between alpha phases made homaxial, metamorphosed during cooling in the detailed acicular structure, and was further excellent in a fatigue property or ductility during heat treatment after shot peening with stabilizing annealing generated in the surface section.

[0024] On the other hand, for all, fatigue limits are 460MPa(s) as shown to Table 7 in the test numbers 15-19 which are the examples of a comparison of this invention (2), and 22, 24 and 25. It was the following, and it is the test number 3 and EQC which gave this invention (1), or a value not more than it, and sufficient effectiveness was not attained. The reason is as follows. In a test number 15, since the holding time of heat treatment after shot peening exceeded 8 hours which is a upper limit in this invention (2), big and rough-ization of alpha phase took place, and it did not result in the improvement of sufficient fatigue property. In a test number 16, since whenever [stoving temperature / of heat treatment after shot peening] was the temperature of less than 850 degrees C which is a lower limit in this invention (2), there were few amounts of a parent phase, and while sufficient quantity of the detailed acicular structure cooled, it did not generate, and the effectiveness of this invention was not fully attained.

[0025] Moreover, in a test number 17, since whenever [stoving temperature / of heat treatment after shot peening] exceeded 980 degrees C which is a upper limit in this invention (2), the amount and

number of shaft alpha phases, such as having excelled in the fatigue property, became fewer, and a fatigue property has not been improved. In a test number 18, since the holding time of heat treatment after shot peening was less than 5 minutes which is a lower limit in this invention (2), an axial organization, such as recovery and recrystallization having been inadequate and having excelled in the fatigue property, did not generate. Moreover, in a test number 19, since the cooling rate after performing heat treatment after shot peening was slower than air cooling which is a minimum in this invention (2), a parent phase did not metamorphose into the detailed acicular structure, and the improvement of a fatigue property was not attained. Since the test number 22 was less than 450 degrees C whose stabilizing-annealing temperature is the lower limits in this invention (2), element diffusion was inadequate, a stable organization did not generate, and the improvement of a fatigue property was not attained. In a test number 24, since stabilizing-annealing temperature exceeded 820 degrees C which is a upper limit in this invention (2), the great portion of detailed acicular structure did the reverse transformation to the parent phase again, and the fatigue property has not improved. Since the test number 25 was less than 30 minutes whose stabilizing-annealing time amount is the lower limits in this invention (2), sufficient element diffusion did not take place and the stable organization and sufficient fatigue property were not acquired. In addition, at a test number 21, it is 460MPa. Although the above good fatigue limit is obtained, in the short test number 20 of stabilizing-annealing time amount, sufficient value is already reached, and stabilizing-annealing time amount is superfluously long.

[0026] In Table 4, a test number 26 is the example of this invention (3) which performed shot peening to the test number 3 which performed this invention (1) further. Moreover, a test number 27 is the example of this invention (3) which performed shot peening to the test number 12 which performed this invention (2) further. As shown in Table 8, compared with the test number 3 or the test number 12, the value of a fatigue limit is high further, and elongation is also 5% or more. The surface section depends this on his having been an axial organization, such as having excelled not only in a fatigue property but in ductility.

[0027]
[Effect of the Invention] As explained above, the fatigue property of beta region heating work timber is improvable by applying this invention to the alpha plus beta titanium alloy which performed beta region heating processing. Moreover, since processing of an alpha+beta region is not needed, it is cheap and the material of high fatigue strength can be offered.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-112857

(43)公開日 平成5年(1993)5月7日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 2 F 1/18	H	9157-4K		
B 2 4 C 1/10	Z	7411-3C		

審査請求 未請求 請求項の数3(全 8 頁)

(21)出願番号 特願平3-146070

(22)出願日 平成3年(1991)6月18日

(71)出願人 000006655

新日本製鐵株式会社
東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(72)発明者 藤井 秀樹

神奈川県相模原市淵野辺5-10-1 新日
本製鐵株式会社第2技術研究所内

(72)発明者 山崎 達夫

神奈川県相模原市淵野辺5-10-1 新日
本製鐵株式会社第2技術研究所内

(72)発明者 堀谷 貴雄

神奈川県相模原市淵野辺5-10-1 新日
本製鐵株式会社第2技術研究所内

(74)代理人 弁理士 田村 弘明 (外1名)

(54)【発明の名称】 β 域加熱加工を施した $\alpha + \beta$ 型チタン合金の疲労特性改善方法

(57)【要約】

【目的】 本発明は、 β 域加熱加工を施した $\alpha + \beta$ 型チタン合金の疲労特性を、延性を損なうことなく改善する方法を提供する。

【構成】 β 域加熱加工を行った $\alpha + \beta$ 型チタン合金に、ショットピーニングを施し、700℃以上で β 変態点-20℃以下の温度域に5分以上8時間以下加熱保持する熱処理を行う。あるいは、上記熱処理を、 β 変態点-150℃以上で β 変態点-20℃以下の温度域で行い空冷以上の冷却速度で冷却し、さらに450℃~820℃に30分以上24時間以下加熱保持する安定化焼鈍を行う。あるいは、上記熱処理または安定化焼鈍後、さらにショットピーニングを行う。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 β 域加熱加工した $\alpha + \beta$ 型チタン合金にショットピーニングを施し、次いで 700°C 以上で β 変態点 -20°C 以下の温度に 5 分以上 8 時間以下加熱保持することを特徴とする、 β 域加熱加工を施した $\alpha + \beta$ 型チタン合金の疲労特性改善方法。

【請求項 2】 β 域加熱加工した $\alpha + \beta$ 型チタン合金にショットピーニングを施し、次いで β 変態点 -150°C 以上で β 変態点 -20°C 以下の温度域に 5 分以上 8 時間以下加熱保持し、空冷以上の冷却速度で冷却し、さらに $450^{\circ}\text{C} \sim 820^{\circ}\text{C}$ で 30 分以上 24 時間以下加熱保持することを特徴とする、 β 域加熱加工を施した $\alpha + \beta$ 型チタン合金の疲労特性改善方法。

【請求項 3】 前記請求項 (1) または (2) の工程を実施後、さらにショットピーニングを行うことを特徴とする、 β 域加熱加工を施した $\alpha + \beta$ 型チタン合金の疲労特性改善方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、 $\alpha + \beta$ 型チタン合金の製造方法に関するものであり、さらに詳しくは、 β 域加熱熱処理を施した $\alpha + \beta$ 型チタン合金の疲労特性改善法に係るものである。

【0002】

【従来の技術】 $\alpha + \beta$ 型チタン合金は古い開発の歴史を持つ汎用材料で、軽量、高強度、高耐食性などを特徴としており、航空機材料などに多用されてきた。この $\alpha + \beta$ 型チタン合金の一般的な製造方法は、 β 変態点以下の $\alpha + \beta$ 域で強加工を行い、さらに $\alpha + \beta$ 域で焼鈍を行う。このような方法で製造された $\alpha + \beta$ 型チタン合金は、微細な等軸組織を有しており、強度、延性、疲労特性に特に優れている。しかしながら、 $\alpha + \beta$ 域では変形抵抗が高く、また熱間延性も低いため、設備上の制約、加熱回数の増加、あるいは歩留まりの低下を生じ、製造コストを著しく上昇させてきた。

【0003】 一方、 β 変態点以上の β 域では、変形抵抗が低く、熱間延性が高いため、加工は著しく容易になる。ところが、このような方法で製造した製品は、疲労特性に劣る針状組織を有しているため、航空機などにはあまり使用されなかった。しかし、このような β 域加熱加工した素材も、等軸組織には劣るものの、比較的高い強度と延性値を有しているため、疲労特性が改善されれば、軽量かつ高強度の素材を安価で提供することが可能となる。

【0004】 疲労特性を向上させる方法としては、例えば、特開昭 50-105515 号公報記載のショットピーニングを挙げることができる。これは、表層をショットピーニングにより硬化させたり圧縮応力を残留させることにより、疲労亀裂発生頻度の高い表層部での疲労亀裂発生を抑制することをねらった方法である。しかし、

β 域加熱加工材にみられるような針状組織は、ショットピーニングを行うとさらに延性が極端に低下するため、使用上きわめて重大な制限をうけるという問題点があった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記問題点を解消するために、 β 域加熱加工を施した $\alpha + \beta$ 型チタン合金に加工熱処理を行うことにより、延性を低下させることなく、疲労特性を向上させるための方法を提供することを目的とするものである。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、ショットピーニングを行なった後、適切な熱処理を行うと、疲労特性や延性に優れた等軸組織が表層部に生成することを見出した。すなわち本発明は、

(1) β 域加熱加工を行った $\alpha + \beta$ 型チタン合金にショットピーニングを施し、次いで 700°C 以上で β 変態点 -20°C 以下の温度に 5 分以上 8 時間以下加熱保持することを特徴とする。

(2) β 域加熱加工した $\alpha + \beta$ 型チタン合金にショットピーニングを施し、次いで β 変態点 -150°C 以上で β 変態点 -20°C 以下の温度域に 5 分以上 8 時間以下加熱保持し、空冷以上の冷却速度で冷却し、さらに $450^{\circ}\text{C} \sim 820^{\circ}\text{C}$ で 30 分以上 24 時間以下加熱保持し、安定化焼鈍することを特徴とする。

(3) 前記本発明 (1) または (2) の工程を実施後、さらにショットピーニングを行うことを特徴とする。

なお、 β 域加熱加工とは、 β 変態点以上の温度域へ加熱し加工する工程であり、加工開始温度あるいは加工終了温度は必ずしも β 変態点以上の温度である必要はなく、加工前あるいは加工途中で素材の温度低下により、 β 変態点以下となる場合も含まれる。また、 β 変態点とは、平衡状態において、その温度以上では β 相単相であり、その温度未満では $\alpha + \beta$ 二相となる温度であって、 $\alpha + \beta$ 型チタン合金では一般に $850 \sim 1050^{\circ}\text{C}$ である。また、 $\alpha + \beta$ 型チタン合金とは、 β 変態点以上から焼入れた時、 β 相のすべてあるいは一部が α 相やマルテンサイトに変態し、かつ室温における平衡状態にて α 相と β 相の両者が存在する種類のチタン合金で、例えば Ti-6Al-4V などである。

【0007】

【作用】 以下本発明について詳細に説明する。本発明

(1) では、まず、 β 域加熱加工を行った $\alpha + \beta$ 型チタン合金にショットピーニングを施す。これは、表層部分に塑性歪を加え、高密度の転位を導入するためである。ここで、表層部に存在する酸素濃化層やスケールは、ショットピーニングによる塑性歪が母材まで到達することを妨げるので、ショットピーニングに先だってショットブラスト、酸洗、研削などにより除去しておくことが望まれる。

【0008】次に、この素材を700℃以上でβ変態点-20℃以下の温度に5分以上8時間以下加熱保持する。これは、ショットピーニングにより高密度転位の導入された表層部分を熱処理により回復・再結晶させることにより、針状α相組織を疲労特性にすぐれた等軸組織に変換する工程である。ここで、加熱保持温度を700℃以上としたのは、この温度未満の温度では回復・再結晶が不十分であるため、疲労特性に優れた等軸組織が生成しない理由による。また加熱保持温度をβ変態点-20℃以下としたのは、これを越える温度ではβ相の割合が極端に大きくなり、疲労特性に優れた等軸α相の数および量が減るため、疲労特性が十分には改善できない理由による。また、保持時間を5分以上としたのは、5分未満の保持時間では、回復・再結晶が不十分であるため、保持時間を8時間以下としたのは、これを越える時間ではα相の粗大化が激しく疲労特性が低下するためである。また、大気中で本熱処理を行った場合、8時間を越える時間では、等軸化した表層部の深さ以上にまで酸化が及ぶため、本発明の効果が失われる。

【0009】本発明(2)は、前記本発明(1)の効果と強化熱処理を組み合わせることにより、さらに疲労特性の向上を図るための方法である。本発明(2)では、まず、β域加熱加工したα+β型チタン合金にショットピーニングを施し、次いでβ変態点-150℃以上でβ変態点-20℃以下の温度域に5分以上8時間以下加熱保持し、空冷以上の冷却速度で冷却する。本発明(1)で説明したように、ショットピーニングを行った後、適切な温度および時間で熱処理を行うと、疲労特性に優れた等軸組織が生成する。この熱処理工程を、特に、β変態点-150℃以上でβ変態点-20℃以下の温度域で5分以上8時間以下加熱保持することにより行うと、等軸α相の間に存在するβ相の割合が高くなり、さらに空冷以上の冷却速度で冷却すると、このβ相がマルテンサイトなどの微細針状組織に変態する。このような等軸α相と微細針状α相の混合組織を表層部に生成させることが本工程の目的である。ここで、加熱保持温度をβ変態点-150℃以上としたのは、これ未満の温度ではβ相の量が少なく、十分な量の微細針状組織が生成しない理由による。また、加熱保持温度をβ変態点-20℃以下としたのは、これを越える温度では、β相の割合が極端に大きくなり、疲労特性に優れた等軸α相の数および量が減るため、疲労特性が十分には改善できない理由による。また、保持時間を5分以上としたのは、5分未満の保持時間では、回復・再結晶が不十分であるため、保持時間を8時間以下としたのは、これを越える時間ではα相の粗大化が激しく疲労特性が低下するためである。また、空冷以上の冷却速度で冷却することとしたのは、空冷よりも遅い冷却速度では微細針状組織は生成しないからである。

【0010】次いで450℃~820℃で30分以上2

4時間以下加熱保持することにより安定化焼鈍を行う。この安定化焼鈍により、微細針状組織は焼き戻され、安定な等軸+微細針状の混合組織となり、強度が上昇する。ここで、加熱保持温度を450℃以上としたのは、これ未満の温度では、元素の拡散が不十分で安定な組織が生成しにくい理由による。また、820℃以下としたのは、これを越える温度では冷却中に生成した微細針状組織の大部分が再びβ相に逆変態し、強化の目的が達成されない理由による。また、加熱保持時間を30分以上としたのは、これ未満の時間では元素拡散が不十分で安定な組織および材質特性が得られない理由による。また、加熱保持時間を24時間以下としたのは24時間以内の時間で安定な微細組織はすでに得られており、これを越える時間熱処理を行うことは時間およびエネルギーが無駄であるからである。

【0011】本発明(3)では、前記本発明(1)あるいは(2)を行った後、再びショットピーニングを行う。これは、本発明(1)あるいは(2)を行うことにより、表層部のみが疲労特性に優れた等軸組織あるいは等軸+微細針状混合組織となった素材の疲労特性を、さらにショットピーニングを行うことにより向上させることを目的としている。ここで、β域加熱加工材に直接ショットピーニングを行うと、針状組織の延性値を極端に低下させることになるため、好ましくないが、本発明(1)および(2)を実施した試料では、表層部は延性に富む等軸組織または等軸+微細針状混合組織となっているので、ショットピーニングによる延性低下量が少なく、十分な延性が確保される。

【0012】

【実施例】Ti-6Al-4V(β変態点:1000℃)に対して本発明を適用した場合を例に、本発明についてさらに詳しく説明する。真空アーク溶解により溶製したTi-6Al-4V鋳塊をβ域の1100℃で加熱鍛造し、さらに1100℃加熱圧延することにより12mmの板を製造した。圧延開始温度は1000℃で圧延終了温度は830℃であった。これらはいずれも試料表面の温度である。この板から35mm長さ、8.05mm径の平行部を持つ丸棒試験片を切り出し、表1~表4に示す処理を行った。各処理を終えた試験片は、ショットピーニングによって生じた凹凸を除去するため、表層約0.025mmを研磨除去し、室温で60Hzの条件で回転曲げ疲労試験を行い、疲労限を求めた。また、一部の試料は引張試験を行い引張強度と伸びを求めた。その結果を表5~表8に示す。なお、熱処理はすべてAr雰囲気で行い、ショットピーニングは、1mm径のガラスビーズを約40m/sで約200%のカバーレッジで行った後、100μm径のガラスビーズを約30m/sで約200%のカバーレッジで行った。

【0013】

【表1】

5

6

試験番号	試料の概要
1	β 域加熱加工まま
2	ショットピーニングまま

試験番号1, 2はいずれも従来法

【0014】

【表2】

試験番号	ショットピーニング後の熱処理条件	冷却条件	備考
3	750℃, 1時間	AC	本発明(1)の実施例
4	750℃, 1時間	FC	本発明(1)の実施例
5	800℃, 1時間	AC	本発明(1)の実施例
6	990℃, 10分	AC	比較例
7	970℃, 10分	AC	本発明(1)の実施例
8	970℃, 3分	AC	比較例
9	680℃, 7時間	AC	比較例
10	720℃, 7時間	AC	本発明(1)の実施例
11	720℃, 9時間	AC	比較例

AC: 空冷 FC: 炉冷

【0015】

30 【表3】

試験番号	ショットピーニング後の熱処理条件	冷却条件	安定化焼鈍条件	備 考
12	950℃, 1時間	AC	540℃, 4時間	本発明(2)の実施例
13	950℃, 1時間	FAC	540℃, 4時間	本発明(2)の実施例
14	870℃, 7時間	AC	540℃, 4時間	本発明(2)の実施例
15	870℃, 9時間	AC	540℃, 4時間	比較例
16	830℃, 7時間	AC	540℃, 4時間	比較例
17	990℃, 1時間	AC	540℃, 4時間	比較例
18	950℃, 3分	AC	540℃, 4時間	比較例
19	950℃, 1時間	FC	540℃, 4時間	比較例
20	950℃, 1時間	AC	470℃, 22時間	本発明(2)の実施例
21	950℃, 1時間	AC	470℃, 26時間	比較例
22	950℃, 1時間	AC	430℃, 22時間	比較例
23	950℃, 1時間	AC	800℃, 1時間	本発明(2)の実施例
24	950℃, 1時間	AC	860℃, 1時間	比較例
25	950℃, 1時間	AC	800℃, 20分	比較例

AC: 空冷 FAC: 強制空冷 FC: 炉冷

冷却速度は、FAC, AC, FCの順に速い

【0016】

【表4】

試験番号	試料の概要
26	試験番号3 + ショットピーニング
27	試験番号12 + ショットピーニング

試験番号26, 27は本発明(3)の実施例

【0017】

【表5】

試験番号	疲労限 (MPa)	引張強度 (MPa)	伸び (%)
1	420	935	8.5
2	461	966	4.2

【0018】

【表6】

試験番号	疲労限 (MPa)	引張強度 (MPa)	伸び (%)
3	455	963	7.1
4	444	938	8.1
5	453	943	8.2
6	394	—	—
7	443	—	—
8	422	—	—
9	425	—	—
10	449	—	—
11	426	—	—

【0019】

【表7】

試験番号	疲労限 (MPa)	引張強度 (MPa)	伸び (%)
12	475	997	6.5
13	480	1003	6.0
14	467	—	—
15	454	—	—
16	453	—	—
17	399	—	—
18	457	—	—
19	433	—	—
20	464	—	—
21	464	—	—
22	454	—	—
23	463	—	—
24	421	—	—
25	449	—	—

【0020】

【表8】

試験番号	疲労限 (MPa)	引張強度 (MPa)	伸 び (%)
26	487	973	5.7
27	499	1011	5.3

【0021】表1および表5に示すように、 β 域加熱加工まま材（試験番号1）は疲労限は420MPaである。 β 域加熱加工材にショットピーニングを施すと（試験番号2）疲労限は461MPaまで上昇するが、伸びが4.2%と5%以下にまで激減する。

【0022】表2において試験番号3～5および7、10は本発明（1）の実施例である。表6に示すように、本発明（1）を適用することにより、いずれも疲労限は440MPa以上で、試験番号3～5では、いずれも伸びは7%以上であり、試験番号2のように5%以下となるような著しい延性低下はなかった。これは、ショットピーニングによって高密度転位が導入された表層部が、熱処理を行うことにより回復・再結晶し、疲労特性および延性に優れた等軸組織に変化したためである。一方、本発明（1）の比較例である試験番号6、8、9、11では、表6に示すように、いずれも疲労限は430MPaを下回っており、 β 域加熱加工まま（試験番号1）よりも低い値であったり同等の値であった。この理由は以下のとおりである。試験番号6では、ショットピーニング後の熱処理温度が990℃で本発明（1）の上限値である980℃よりも高かったため、疲労特性に優れた等軸 α 相の数および量が少なくなり、疲労特性が十分に改善されなかった。試験番号8では、ショットピーニング後の熱処理時間が本発明（1）の下限値である5分未満であったため、回復・再結晶が不十分であり、本発明の効果が十分に達成されなかった。試験番号9では、ショットピーニング後の熱処理温度が本発明（1）の下限値である700℃未満であったため、回復・再結晶が不十分であり、本発明の効果が十分に達成されなかった。また、試験番号11ではショットピーニング後の熱処理時間が本発明（1）の上限値である8時間を越えたため、 α 相の粗大化が激しく疲労特性の改善は十分でなかった。

【0023】表3において、試験番号12～14、20、23は本発明（2）の実施例である。表7に示すように、いずれも疲労限は460MPaを上回っており、本発明（1）を適用した場合よりもさらに疲労限が上昇している。また、試験番号12、13では伸びは6%以上で、著しい延性低下もなかった。これは、ショットピーニング後の熱処理中に、等軸化した α 相の間に β 相が生成し、冷却中に微細針状組織に変態し、さらに安定化焼鈍により疲労特性や延性に優れた安定な等軸+微細針状の混合組織が表層部に生成したためである。

【0024】これに対し、本発明（2）の比較例である

試験番号15～19、22、24、25では表7に示すように、いずれも疲労限は460MPa以下で、本発明（1）を施した試験番号3と同等もしくはそれ以下の値で、十分な効果は達成されなかった。その理由は以下のとおりである。試験番号15では、ショットピーニング後の熱処理の保持時間が、本発明（2）における上限値である8時間を越えたため、 α 相の粗大化が起こり、十分な疲労特性の改善には至らなかった。試験番号16では、ショットピーニング後の熱処理の加熱温度が、本発明（2）における下限値である850℃未満の温度であったため、 β 相の量が少なく、十分な量の微細針状組織が冷却中に生成せず、本発明の効果が十分に達成されなかった。

【0025】また、試験番号17では、ショットピーニング後の熱処理の加熱温度が、本発明（2）における上限値である980℃を越えたため、疲労特性に優れた等軸 α 相の量および数が減り、疲労特性が改善されなかった。試験番号18では、ショットピーニング後の熱処理の保持時間が、本発明（2）における下限値である5分未満であったため、回復・再結晶が不十分で疲労特性にすぐれた等軸組織が生成しなかった。また、試験番号19では、ショットピーニング後の熱処理を行った後の冷却速度が、本発明（2）における下限である空冷よりも遅かったため、 β 相が微細針状組織に変態せず、疲労特性の改善は達成されなかった。試験番号22は、安定化焼鈍温度が本発明（2）における下限値である450℃未満であったため、元素拡散が不十分で安定組織が生成せず、疲労特性の改善は達成されなかった。試験番号24では、安定化焼鈍温度が本発明（2）における上限値である820℃を越えたため、微細針状組織の大部分が再び β 相に逆変態し、疲労特性は改善されなかった。試験番号25は、安定化焼鈍時間が本発明（2）における下限値である30分未満であったため、十分な元素拡散が起こらず、安定な組織および十分な疲労特性は得られなかった。なお、試験番号21では、460MPa以上の良好な疲労限が得られているが、安定化焼鈍時間の短い試験番号20においてすでに十分な値に到達しており、安定化焼鈍時間が不必要に長い。

【0026】表4において、試験番号26は本発明（1）を行った試験番号3にさらにショットピーニングを行った本発明（3）の実施例である。また試験番号27は本発明（2）を行った試験番号12にさらにショットピーニングを行った本発明（3）の実施例である。表

13

8に示すように、試験番号3または試験番号12に比べると、さらに疲労限の値は高くなっており、伸びも5%以上である。これは表層部が疲労特性だけでなく延性にも優れた等軸組織であったことによる。

【0027】

14

【発明の効果】以上説明したように、 β 域加熱加工を施した $\alpha + \beta$ 型チタン合金に、本発明を適用することにより、 β 域加熱加工材の疲労特性を改善することができる。また、 $\alpha + \beta$ 域の加工を必要としないので、高疲労強度の素材を安価で提供できる。